

524, 356

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
24. Juni 2004 (24.06.2004)

PCT

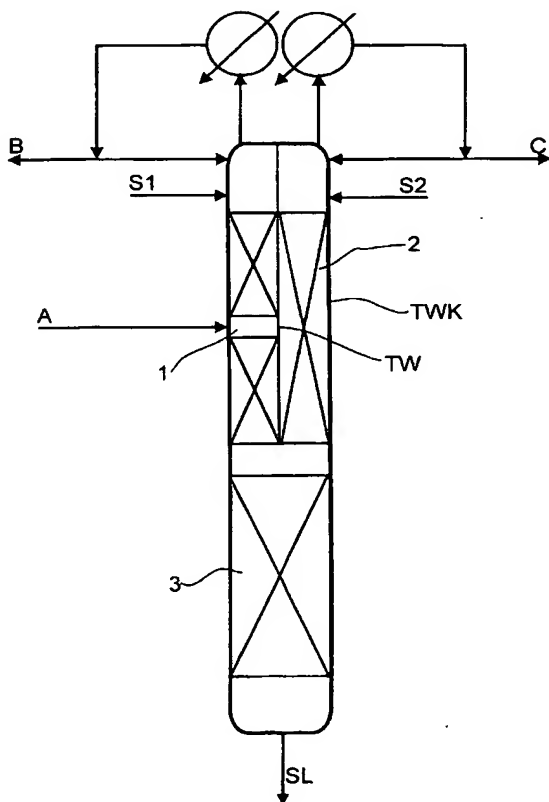
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/052492 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B01D 3/40**, C07C 5/03, 7/08
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/014074
- (22) Internationales Anmeldedatum:
11. Dezember 2003 (11.12.2003)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
102 58 160.6 12. Dezember 2002 (12.12.2002) DE
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **BASF AKTIENGESellschaft** [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **HEIDA, Bernd** [DE/DE]; Speyerer Strasse 26, 67158 Ellerstadt (DE).
- (74) Anwalt: **ISENBRUCK, Günter**; Isenbruck Bösl Hörschler Wichmann Huhn Patentanwälte, Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR EXTRACTIVE DISTILLATION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR EXTRAKTIVDESTILLATION



(57) Abstract: The invention relates to a method for separating an initial mixture (A) consisting of at least two components by means of extractive distillation using a selective solvent (s) in a separation column (TKW) provided with a separation baffle. Said invention is characterised in that the inventive method is carried out in the separation column (TKW) provided with the separation baffle (TW) which is disposed in the direction of the length of the column, extends to the top end thereof and divides the inside of the column into a first partial area (1), a second partial area (2) and a common lower area (3), the initial mixture (A) is introduced into said first partial area (1), a first head flow (B) is extracted therefrom, the second head flow (c) is extracted from the second partial area (2), said flows exhibiting the predefined characteristics, the selective solvent (S) is distributed in the top section of the first partial area (1) and/or in the top section of the second partial (2), and then the quantity of the selective solvent (S1) distributed in the first partial area (1) and the quantity of the selective solvent (S2) distributed in the second partial area (2) are controlled in such a way that said predefined characteristics for each head (B, C) flow are respected, respectively.

(57) Zusammenfassung: Es wird ein Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches (A) aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel (S) in einer Trennwandkolonne (TKW) vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist: dass man das Verfahren in einer Trennwandkolonne (TKW) mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand (TW) durchführt, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich (1), einen zweiten Teilbereich (2) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) aufteilt; dass man das Ausgangsgemisch (A) dem ersten Teilbereich (1) zuführt, aus dem ersten Teilbereich

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2004/052492 A1



GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(1) einen ersten Kopfstrom (B) und aus dem zweiten Teilbereich (2) einen zweiten Kopfstrom (C), mit jeweils vorgegebener Spezifikation, abzieht; dass man das selektive Lösungsmittel (S) im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) aufgibt und dass man die Menge des auf den ersten Teilbereich (1) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S1) und/oder die Menge des auf den zweiten Teilbereich (2) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S2) dergestalt einstellt, dass die jeweils vorgegebenen Spezifikationen für die Kopfströme (B, C) eingehalten werden.

Verfahren und Vorrichtung zur Extraktivdestillation

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation in einer Trennwandkolonne, eine hierfür geeignete Trennwandkolonne sowie eine Verwendung.

10

Die Extraktivdestillation ist ein bekanntes Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen aus Komponenten, die sich nur geringfügig in ihren relativen Flüchtigkeiten unterscheiden oder die azeotrop sieden. Die Extraktivdestillation wird unter Zugabe eines selektiven Lösungsmittels, auch als Extraktionsmittel bezeichnet, durchgeführt, das gegenüber dem aufzutrennenden Gemisch wesentlich höher siedet und das durch seine selektive Affinität zu einzelnen Komponenten des aufzutrennenden Gemisches die Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten derselben erhöht. Ein wesentliches Kriterium für die Auswahl des geeigneten selektiven Lösungsmittels ist es, denjenigen Aufnehmer herauszufinden, der die Trennung mit einem Minimum an zirkulierender Aufnehmerphase ermöglicht, der sich also durch eine ausreichend hohe Aufnahmekapazität kennzeichnet.

20

Es ist bekannt, für komplexere Trennaufgaben, in der Regel für Gemische von mindestens drei Komponenten, wobei die einzelnen Komponenten jeweils in reiner Form erhalten werden sollen, Trennwandkolonnen einzusetzen. Sie weisen eine Trennwand auf, das heißt ein in der Regel in Kolonnenlängsrichtung ausgerichtetes ebenes Blech, das eine Quervermischung der Flüssigkeits- und Brüdenströmen in Teilbereichen der Kolonne unterbindet. Trennwandkolonnen sind gegenüber klassischen Destillationskolonnen wirtschaftlich vorteilhaft, da sie Trennaufgaben, für die normaler Weise zwei Kolonnen notwendig sind, in einem einzigen Apparat bewältigen, wobei die Investitions- und Energiekosten deutlich niedriger liegen.

30

Es ist bekannt, Extraktivdestillationen in Trennwandkolonnen durchzuführen.

Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise in DE-C 199 58 464 beschrieben. Durch eine besondere konstruktive Ausgestaltung der Trennwandkolonne, und zwar indem der Ent-

35

nahmebereich am oberen Ende der Trennwand geschlossen wird, kann die Temperatur in diesem Kolonnenbereich durch Steuerung des darin herrschenden Drucks geregelt werden. Da der Druck im oberseitig geschlossenen Entnahmebereich gegenüber dem Betriebsdruck in der Kolonne verändert werden kann, können die Druckdifferenzen zur Steuerung der in
5 die durch die Trennwand aufgeteilten Teilbereiche der Kolonne eintretenden Dampfströme genutzt werden.

Es war demgegenüber Aufgabe der Erfindung, ein wirtschaftlicheres, insbesondere bezüglich des Energie- und Lösungsmittelverbrauches günstigeres Verfahren sowie eine hierfür
10 geeignete Trennwandkolonne zur Verfügung zu stellen.

Die Verfahrensaufgabe wird durch ein Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel in einer Trennwandkolonne gelöst, das dadurch gekennzeichnet ist,

15 dass man das Verfahren in einer Trennwandkolonne mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand durchführt, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich, einen zweiten Teilbereich und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich aufteilt,

20 dass man das Ausgangsgemisch dem ersten Teilbereich zuführt, aus dem ersten Teilbereich einen ersten Kopfstrom und aus dem zweiten Teilbereich einen zweiten Kopfstrom, mit jeweils vorgegebener Spezifikation, abzieht,

dass man das selektive Lösungsmittel im oberen Bereich des ersten Teilbereichs und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs aufgibt und

25 dass man die Menge des auf den ersten Teilbereich aufgegebenen Lösungsmittelstromes und/oder die Menge des auf den zweiten Teilbereich aufgegebenen Lösungsmittelstromes dergestalt einstellt, dass die jeweils vorgegebenen Spezifikationen für die Kopfströme eingehalten werden.

30 Es wurde überraschend gefunden, dass durch eine einfache konstruktive Ausgestaltung der Trennwandkolonne, und zwar in dem die Trennwand bis zum oberen Ende in der Trennwandkolonne durchgezogen wird, in den beiden, durch die Trennwand getrennten Bereiche des Kolonneninnenraums unabhängig voneinander die für die jeweilige Trennaufgabe in der Extraktionsdestillation optimalen thermodynamischen Bedingungen eingestellt werden
35 können. Insbesondere ist es möglich, die jeweils optimale Lösungsmittelmenge getrennt auf jeden Teilbereich aufzugeben, so dass die Aufnahmekapazität des Lösungsmittels in

beiden Teilbereichen maximal genutzt wird und der Gesamtbedarf an Lösungsmittel minimiert wird. Gleichzeitig wird der Energieverbrauch gegenüber der "klassischen" Trennwandkolonne deutlich reduziert.

- 5 Als Ausgangsgemische werden in der Regel Gemische von Kohlenwasserstoffen oder von anderen organischen Komponenten in Frage kommen, die sich aufgrund der geringen Unterschiede in den Flüchtigkeiten mindestens zweier Komponenten oder aufgrund der Ausbildung von Azeotropen nur durch Zugabe eines selektiven Lösungsmittels, das die relativen Flüchtigkeiten verändert, auftrennen lassen.

10

Das Ausgangsgemisch wird dem ersten Teilbereich der Trennwandkolonne, häufig etwa im mittleren Drittel desselben, aufgegeben. Je nach konkreter Zusammensetzung des aufzutrennenden Ausgangsgemisches kann es möglich sein, dass die Komponente oder das Komponentengemisch mit der größten Flüchtigkeit von den übrigen Komponenten des Ausgangsgemisches destillativ einfach abgetrennt werden kann. In diesem Fall ist keine Zugabe von selektivem Lösungsmittel im oberen Bereich des ersten Teilbereichs erforderlich, um einen Kopfstrom aus einer einzigen, reinen Komponenten, mit der höchsten Flüchtigkeit oder eines Bündels von Komponenten mit der höchsten Flüchtigkeit abzutrennen.

20

In der Regel ist jedoch die Abtrennung einer reinen Komponente oder eines Bündels an Komponenten mit der höchsten Flüchtigkeit im ersten Teilbereich der Trennwandkolonne nur unter Zugabe eines selektiven Lösungsmittels im oberen Bereich des ersten Teilbereichs und somit durch Gegenstromführung mit dem aufzutrennenden Ausgangsgemisch möglich. In diesem Fall wird das selektive Lösungsmittel bei geeigneten thermodynamischen Bedingungen, in der Regel bei möglichst niedrigen Temperaturen aufgegeben, und belädt sich mit den Komponenten aus dem Ausgangsgemisch, zu denen es eine höhere Affinität hat, wogegen die Komponente oder die Komponenten, zu denen es eine niedrigere Affinität hat, das heißt die im selektiven Lösungsmittel schlecht löslichen Komponenten, in der Dampfphase verbleiben und als Kopfstrom abgezogen werden.

30

Das mit den Komponenten aus dem Ausgangsgemisch beladene Lösungsmittel, zu dem dieses eine größere Affinität hat als zu der oder den Komponenten, die als Kopfstrom aus dem ersten Teilbereich abgetrennt wurden, strömt am unteren Ende der Trennwand dampfförmig in den zweiten Teilbereich der Trennwandkolonne ein.

35

Im zweiten Teilbereich der Trennwandkolonne kann, je nach konkreter Zusammensetzung des aufzutrennenden Ausgangsgemisches, eine einfache destillative Auftrennung der im selektiven Lösungsmittel besser löslichen Komponenten möglich sein, es kann jedoch auch sein, dass die Auftrennung desselben nur unter Zugabe von selektivem Lösungsmittel im Gegenstrom auf den oberen Bereich des zweiten Teilbereichs, das heißt durch Extraktivdestillation, möglich ist.

Der aus dem zweiten Teilbereich abgezogene Kopfstrom kann wiederum, wie im Falle des aus dem ersten Teilbereich abgezogenen Kopfstroms, eine einzige, reine Komponente oder ein Bündel von Komponenten, mit einem bestimmten Siedebereich umfassen.

Die Kopfströme aus dem ersten wie auch aus dem zweiten Teilbereich werden, wie üblich, in Kondensatoren am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im übrigen abgezogen.

Für die Kopfströme werden in der Regel bestimmte Reinheitsanforderungen, das heißt Spezifikationen, vorgegeben.

Da sich das jeweils aufzutrennende Gemisch in den beiden Teilbereichen der Trennwandkolonne hinsichtlich Menge und Zusammensetzung stets voneinander unterscheidet, wird, sofern die Auftrennung durch Extraktivdestillation erfolgt, stets in jedem Teilbereich eine jeweils bestimmte optimale Menge an selektivem Lösungsmittel erforderlich sein, um die vorgegebenen Spezifikationen in den Kopfströmen zu erreichen.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Extraktivdestillation in einer Kolonne mit einer bis zum oberen Ende durchgezogenen Trennwand ist es in einfacher Weise möglich, in einem oder in beiden Teilbereichen, unabhängig voneinander, die für die jeweilige Trennaufgabe optimale Menge an selektivem Lösungsmittel aufzugeben.

Aus dem Kolonnensumpf wird in einer Verfahrensvariante Lösungsmittel abgezogen, das noch mit einer oder mehreren Komponenten beladen ist, die im selektiven Lösungsmittel am besten löslich sind. Das beladene Lösungsmittel wird anschließend in einer Ausgaskolonne unter geeigneten thermodynamischen Bedingungen von den darin gelösten Komponenten befreit und das gereinigte Lösungsmittel in der Regel in die Extraktivdestillationskolonne rezykliert.

In einer bevorzugten Verfahrensvariante wird aus dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich ein dampfförmiger Strom abgezogen, teilweise oder vollständig kondensiert und vollständig oder teilweise abgezogen und im übrigen wieder als Rücklauf in die Extraktivdestillationskolonne zurückgeführt. Im Kolonnenteil unterhalb dieser Entnahmestelle werden die gelösten Komponenten vollständig aus dem Lösungsmittel ausgegast.

Es ist darüber hinaus möglich, je nach durchzuführender Trennaufgabe aus jedem geeigneten Kolonnenbereich, insbesondere aus dem ersten Teilbereich und/oder dem zweiten Teilbereich und/oder dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich einen oder mehrere zusätzliche Seitenströme abzuziehen.

In einer energetisch besonders günstigen Verfahrensvariante wird von ein oder mehreren thermodynamisch geeigneten Stufen der Extraktivdestillationskolonne jeweils ein Flüssigkeitsstrom abgezogen, durch Wärmeintegration mit dem heißen, entgasten Lösungsmittel teilweise oder vollständig verdampft und derselben Trennstufe oder oberhalb der Trennstufe, von der der Flüssigkeitsstrom abgezogen wurde, in die Extraktivdestillationskolonne zurückgeführt. Dadurch kann der Gesamtenergieverbrauch wesentlich gesenkt werden, typischerweise um etwa 40 bis 60 %.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine Trennwandkolonne zur Durchführung einer Extraktivdestillation, die die konstruktive Besonderheit aufweist, dass ihre Trennwand bis zum obersten Punkt der Kolonne durchgezogen ist und die somit eine Vermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen lediglich im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich gestattet. Der sogenannte erste und zweite Teilbereich sind durch die Trennwand voneinander getrennt.

Je nach Zusammensetzung des der Extraktivdestillationskolonne zugeführten Ausgangsgemisches sowie der vorgegebenen Spezifikationen für die in der Extraktivdestillationskolonne abzutrennenden Fraktionen kann die Länge der Trennwand sowie ihre Positionierung in Bezug auf die Kolonnenachse unterschiedlich ausgestaltet sein. So ist es beispielsweise möglich, die Trennwand mittig oder außermittig anzuordnen. Eine außermittige Anordnung wird häufig vorteilhaft sein, da die Flüssigkeits- und Dampfbelastung in den beiden Teilbereichen in der Regel unterschiedlich ist.

In einer bevorzugten Ausgestaltung sind im ersten und/oder im zweiten Teilbereich der Extraktivdestillationskolonne, jeweils oberhalb der Zuführung des selektiven Lösungsmit-

tels Rückwaschböden für mit dem Dampfstrom mitgerissenes selektives Lösungsmittel vorgesehen, häufig drei bis fünf Böden. Obwohl es bezüglich der einsetzbaren Typen grundsätzlich keine Einschränkungen gibt, sind Böden für kleine Flüssigkeitsbelastungen, insbesondere Ventil-, Glocken- oder Thormannböden besonders geeignet.

5

Durch den Einsatz von Rückwaschböden können bezüglich des Restgehalts an Lösungsmittel besonders reine Kopffractionen erhalten werden.

10

Das wichtigste Anwendungsgebiet für das erfindungsgemäße Verfahren und der erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne ist die Petrochemie, insbesondere die Auftrennung von C₄-Schnitten, C₅-Schnitten, die Auftrennung von Aromatengemischen, insbesondere von Benzol-Toluol-Xylol-Gemischen oder der Xylol-Isomere.

15

Die Erfindung wird im Folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels sowie einer Zeichnung näher erläutert.

Es zeigen im Einzelnen:

20

Figur 1 die schematische Darstellung einer ersten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne,

Figur 2 eine weitere bevorzugte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne,

25

Figur 3 eine andere bevorzugte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Extraktivdestillationskolonne,

Figur 4 eine bevorzugte Ausführungsform mit Rückwaschböden,

30

Figur 5 eine weitere Ausführungsform mit integrierter Lösungsmittelausgasung,

Figur 6 eine Ausführungsform mit Rückwaschböden und integrierter Lösungsmittelausgasung und

35

Figur 7 eine Ausführungsform mit Wärmeintegration.

In den Figuren bezeichnen gleiche Bezugszeichen jeweils gleiche oder entsprechende Merkmale.

Die in Fig. 1 dargestellte Extraktivdestillationskolonne ist als Trennwandkolonne TKW
5 ausgebildet, mit in Kolonnenlängsrichtung, bis zum oberen Kolonnenende durchgezogener
Trennwand TW. Die Trennwand TW teilt den Kolonneninnenraum in einen ersten Teilbe-
reich 1, einen zweiten Teilbereich 2 sowie einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich
3. Dem ersten Kolonnenbereich 1 wird das aufzutrennende Ausgangsgemisch A, etwa in
10 der Mitte desselben aufgegeben. Ein erster Strom des selektiven Lösungsmittels wird als
Strom S1 im oberen Bereich des ersten Teilbereichs 1 und ein zweiter Strom des selektiven
Lösungsmittels als Strom S2 dem oberen Bereich des Teilbereichs 2 aufgegeben. Aus dem
Teilbereich 1 wird ein erster Kopfstrom B abgezogen, in einem Kondensator am Kolon-
nenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf wieder auf die Kolonne aufgegeben und im
15 übrigen abgezogen. Analog wird aus dem zweiten Teilbereich 2 ein zweiter Kopfstrom C
abgezogen, in einem Kondensator am Kolonnenkopf kondensiert, teilweise als Rücklauf
wieder auf den zweiten Teilbereich aufgegeben und im übrigen abgezogen.

Aus dem Kolonnensumpf wird beladenes selektives Lösungsmittel, Strom SL, abgezogen.

20 Die in Fig. 2 dargestellte Ausführungsform unterscheidet sich von der Ausführungsform in
Fig. 1 dadurch, dass ein einziger Strom von selektivem Lösungsmittel, Strom S1, auf den
Teilbereich 1 aufgegeben wird. Die destillative Auftrennung im Teilbereich 2 erfolgt ohne
Zugabe von selektivem Lösungsmittel.

25 Auch in der Ausführungsform in Fig. 3 wird lediglich ein einziger Strom an selektivem
Lösungsmittel aufgegeben, abweichend von der Ausführungsform in Fig. 2, jedoch
Strom S2 im oberen Bereich des Teilbereichs 2.

Die Ausführungsform in Fig. 4 enthält zusätzlich zu der in Fig. 1 dargestellten Grundform
30 Rückwaschböden R, die jeweils oberhalb der Zuführung der Lösungsmittelströme S1 und
S2 in den Teilbereichen 1 und 2 angeordnet sind.

In der in Fig. 5 dargestellten Ausführungsform wird aus dem unteren gemeinsamen Kolon-
nenbereich 3 ein dampfförmiger Seitenstrom abgezogen, in einem Kondensator teilweise
35 oder vollständig kondensiert, teilweise als Strom D abgezogen und im übrigen wieder als
Rücklauf in die Kolonne zurückgeführt. Unterhalb des Seitenabzugs für Strom D wird das

beladene Lösungsmittel durch Wärmezuführung über den Sumpfverdampfer V vollständig ausgegast und als gereinigtes Lösungsmittel, Strom SR, abgezogen. Das gereinigte Lösungsmittel wird bevorzugt, nach Abkühlung in einem Kondensator, in die Extraktivdestillation rezykliert.

5

Die in Fig. 6 dargestellte Ausführungsform unterscheidet sich von der Darstellung in Fig. 5 durch die Anordnung von Rückwaschböden R in den Teilbereich 1 und 2, jeweils oberhalb der Zuführung der Lösungsmittelströme S1 und S2.

- 10 Fig. 7 zeigt eine energetisch besonders günstige Verfahrensvariante, mit Wärmeintegration, wobei heißes, gereinigtes Lösungsmittel, Strom SR, in Wärmetauschern W aus der Extraktivdestillationskolonne abgezogene Flüssigkeit erwärmen.

Beispiel:

15

Auftrennung eines C₄-Schnittes durch Extraktivdestillation

Die Trennaufgabe bestand darin, einen C₄-Schnitt mit der nachfolgenden Zusammensetzung in Gew.-%:

20

| | |
|-----------------|-------|
| Propadien | 0,03 |
| Propen | 0,02 |
| Propin | 0,06 |
| n-Butan | 5,74 |
| 25 i-Butan | 2,44 |
| n-Buten | 13,88 |
| i-Buten | 25,63 |
| trans-Buten-2 | 4,44 |
| cis-Buten-2 | 2,95 |
| 30 1,3-Butadien | 43,81 |
| 1,2-Butadien | 0,14 |
| Butin-1 | 0,13 |
| Vinylacetylen | 0,73 |

- 35 in eine Butane-Fraktion mit 90 Gew.-% Butanen und eine Butene-Fraktion mit 98 Gew.-% Butenen, jeweils als Kopfströme sowie einen Sumpfstrom, der neben dem selektiven Lö-

5 sungsmittel 99 % des 1,3-Butadiens sowie die besser als 1,3-Butadien löslichen Komponenten enthält, aufzutrennen.

Als selektives Lösungsmittel wurde N-Methylpyrrolidon als wässrige Lösung mit 8,3 Gew.-% Wasser eingesetzt.

Es wurde jeweils ein Feedstrom von 31.250 kg/h eines C₄-Schnitts mit der oben angegebenen Zusammensetzung einer Trennwandkolonne mit 65 theoretischen Trennstufen zugeführt, wobei im Vergleichsbeispiel eine Trennwandkolonne mit üblicher, das heißt nicht bis oben durchgezogener Trennwand und im Beispiel nach der Erfindung eine bis zum oberen Kolonnenende durchgezogene Trennwand eingesetzt wurde. Die Trennstufen wurden jeweils von unten nach oben gezählt. Im Vergleichsbeispiel wurde die Trennwand thermodynamisch optimiert und war zwischen der 37. und 58. theoretischen Trennstufe bei 4 bar, bzw. zwischen der 38. und 60. theoretischen Trennstufe bei 5 bar, angeordnet.

Die maßgeblichen Verfahrensparameter sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt:

| | Vergleich | Erfindung | Vergleich | Erfindung |
|---|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Kopfdruck [bar] | 4 | 4 | 5 | 5 |
| Erforderliche Verdampferleistung [kW] | 29851 | 21174 | 24570 | 20576 |
| Erforderliche Gesamtmenge an Lösungsmittel [kg/h] | 542860 | 373110 | 474830 | 366275 |
| Aufteilungsverhältnis des Lösungsmittels | * 1,32 | ** 2,71 | * 1,0 | ** 2,80 |

* am oberen Ende der Trennwand

** auf die Lösungsmittelströme S1/S2 in Fig. 1

Die Ergebnisse in der Tabelle zeigen, dass die erforderliche Verdampferleistung bei 4 bar Kolonnendruck für das erfindungsgemäße Verfahren um 30 % unterhalb des Verfahrens in einer klassischen Trennwandkolonne und bei einem Kolonnendruck von 5 bar um 16 % niedriger ist.

Darüber hinaus ist die erforderliche Gesamtmenge an Lösungsmittel für dieselbe Trennaufgabe bei einem Kolonnendruck von 4 bar nach dem erfindungsgemäßen Verfahren um 31 % geringer als in einer klassischen Trennwandkolonne und bei einem Kolonnendruck von 5 bar um 23 %. Entsprechend niedriger sind die Betriebskosten, insbesondere Energie-

kosten sowie die Investitionskosten aufgrund des geringeren erforderlichen Kolonnenquerschnittes.

Darüber hinaus hat die klassische Trennwandkolonne gegenüber der erfindungsgemäßen
5 Kolonne mit durchgezogener Trennwand den zusätzlichen Nachteil, dass sie weniger flexibel gegenüber Veränderungen des Arbeitsdruckes ist: um die gegebene Trennaufgabe mit der oben aufgeführten Verdampferleistung auszuführen war bei einem Druckanstieg von lediglich 1 bar und zwar von 4 auf 5 bar, eine konstruktive Veränderung der klassischen
10 Trennwandkolonne erforderlich, insofern als die Trennwand vertikal um eine Trennstufe verlegt (von der 37. auf die 38. Trennstufe) und um eine Trennstufe in ihrer Länge verändert, die Zuführung des Ausgangsgemisches um fünf Trennstufen nach unten verlegt (von der 12. Trennstufe des Trennwandbereiches auf die 7. Trennstufe des Trennwandbereiches) und der Seitenabzug um eine Trennstufe nach oben verlegt werden musste.

15 Demgegenüber war für die erfindungsgemäße Trennwandkolonne mit durchgezogener Trennwand bei einer Änderung des Arbeitsdruckes keinerlei derartige Änderung erforderlich.

20

25

30

35

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur Auftrennung eines Ausgangsgemisches (A) aus zwei oder mehreren Komponenten durch Extraktivdestillation mit einem selektiven Lösungsmittel (S) in einer Trennwandkolonne (TKW), dadurch gekennzeichnet,
- 10 - dass man das Verfahren in einer Trennwandkolonne (TKW) mit einer in Kolonnenlängsrichtung angeordneten Trennwand (TW) durchführt, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich (1), einen zweiten Teilbereich (2) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) aufteilt,
- 15 - dass man das Ausgangsgemisch (A) dem ersten Teilbereich (1) zuführt, aus dem ersten Teilbereich (1) einen ersten Kopfstrom (B) und aus dem zweiten Teilbereich (2) einen zweiten Kopfstrom (C), mit jeweils vorgegebener Spezifikation, abzieht,
- 20 - dass man das selektive Lösungsmittel (S) im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) aufgibt und
- dass man die Menge des auf den ersten Teilbereich (1) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S1) und/oder die Menge des auf den zweiten Teilbereich (2) aufgegebenen Lösungsmittelstromes (S2) dergestalt einstellt, dass die jeweils vorgegebenen Spezifikationen für die Kopfströme (B, C) eingehalten werden.
- 25 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man lediglich im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) einen Strom des selektiven Lösungsmittels (S1) aufgibt.
- 30 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man lediglich im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) einen Strom des selektiven Lösungsmittels (S2) aufgibt.
- 35 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) einen Lösungsmittelstrom (S1) und im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2) einen Lösungsmittelstrom (S2) aufgibt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass aus dem unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) ein Seitenstrom (D) abgezogen und das beladene Lösungsmittel aus dem Kolonnensumpf (SL) in einem Sumpfverdampfer (V) ausgegast und als gereinigter Lösungsmittelstrom (SR) abgezogen und vorzugsweise in die Extraktivdestillation rezykliert wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man von einer oder mehrerer thermodynamisch geeigneter Trennstufen einen oder mehrere Flüssigkeitsströme oder -teilströme aus der Trennwandkolonne (TKW) abzieht, durch Wärmeintegration mit dem heißen, entgasten Lösungsmittelstrom (SR) teilweise oder vollständig verdampft und der Trennwandkolonne (TKW) erneut zuführt, vorzugsweise auf derselben Stufe, von der der Flüssigkeitsstrom oder -teilstrom abgezogen wurde.
7. Trennwandkolonne (TKW) zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne (TKW) eine in Kolonnenlängsrichtung angeordnete Trennwand (TW) aufweist, die bis zum oberen Kolonnenende durchgezogen ist und die das Kolonneninnere in einen ersten Teilbereich (1), einen zweiten Teilbereich (2) und einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich (3) aufteilt.
8. Trennwandkolonnen (TKW) nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass im oberen Bereich des ersten Teilbereichs (1) und/oder im oberen Bereich des zweiten Teilbereichs (2), jeweils oberhalb der Zuführung des Lösungsmittelstromes (S1, S2) Rückwaschböden (R) angeordnet sind.
9. Trennwandkolonne (TKW) nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwand (TW) außermittig in der Kolonne angeordnet ist, insbesondere dergestalt, dass der Querschnitt des ersten Teilbereichs (1) größer ist als der Querschnitt des zweiten Teilbereichs (2).
10. Verwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6 oder der Trennwandkolonne nach einem der Ansprüche 7 bis 9 zur Auftrennung von Kohlenwasserstoffgemischen, insbesondere von C₄-Schnitten, von C₅-Schnitten oder von Aromatengemischen, bevorzugt von Benzol-Toluol-Xylol-Gemischen oder von Gemischen der isomeren Xylole.

FIG. 1

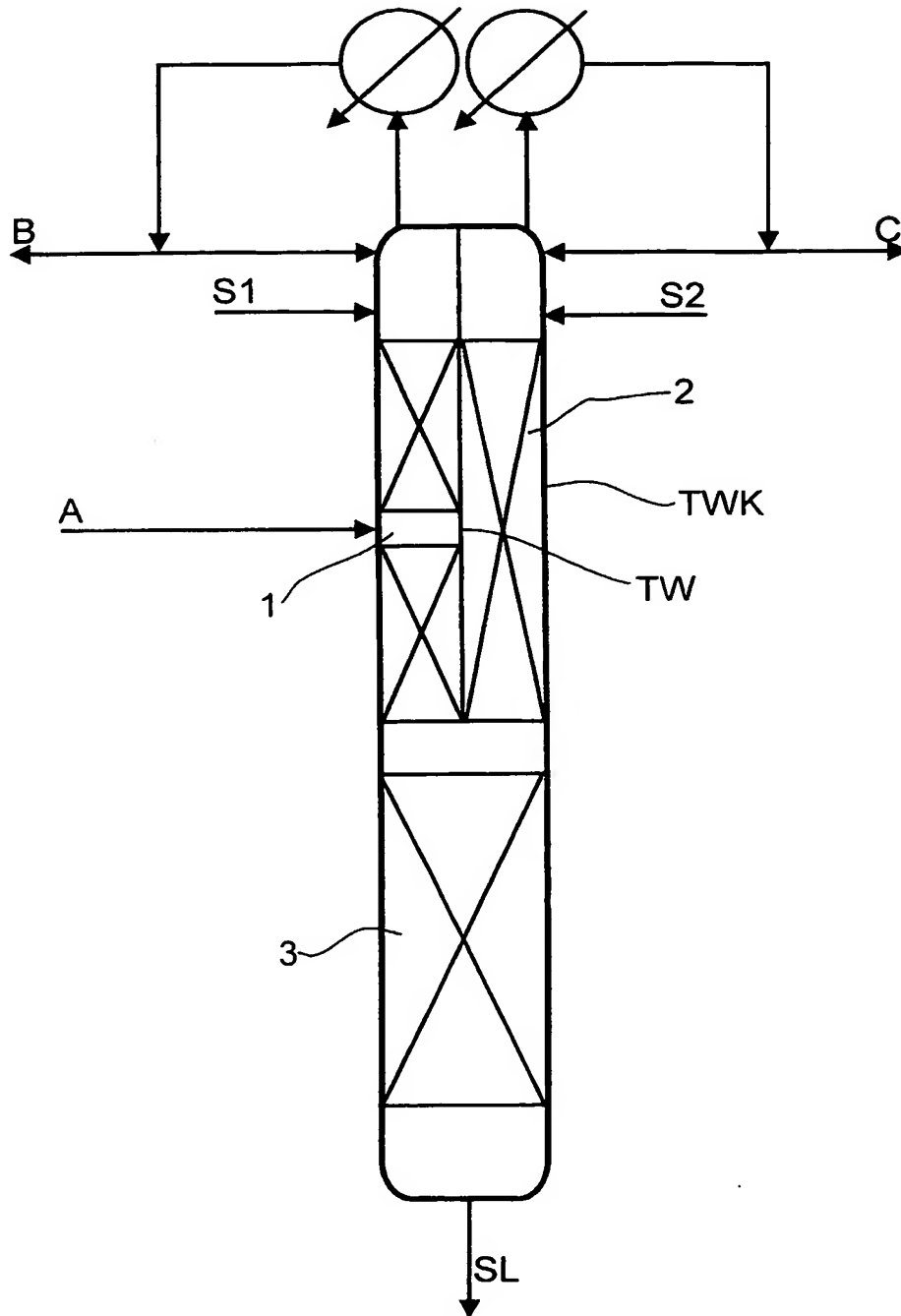


FIG.2

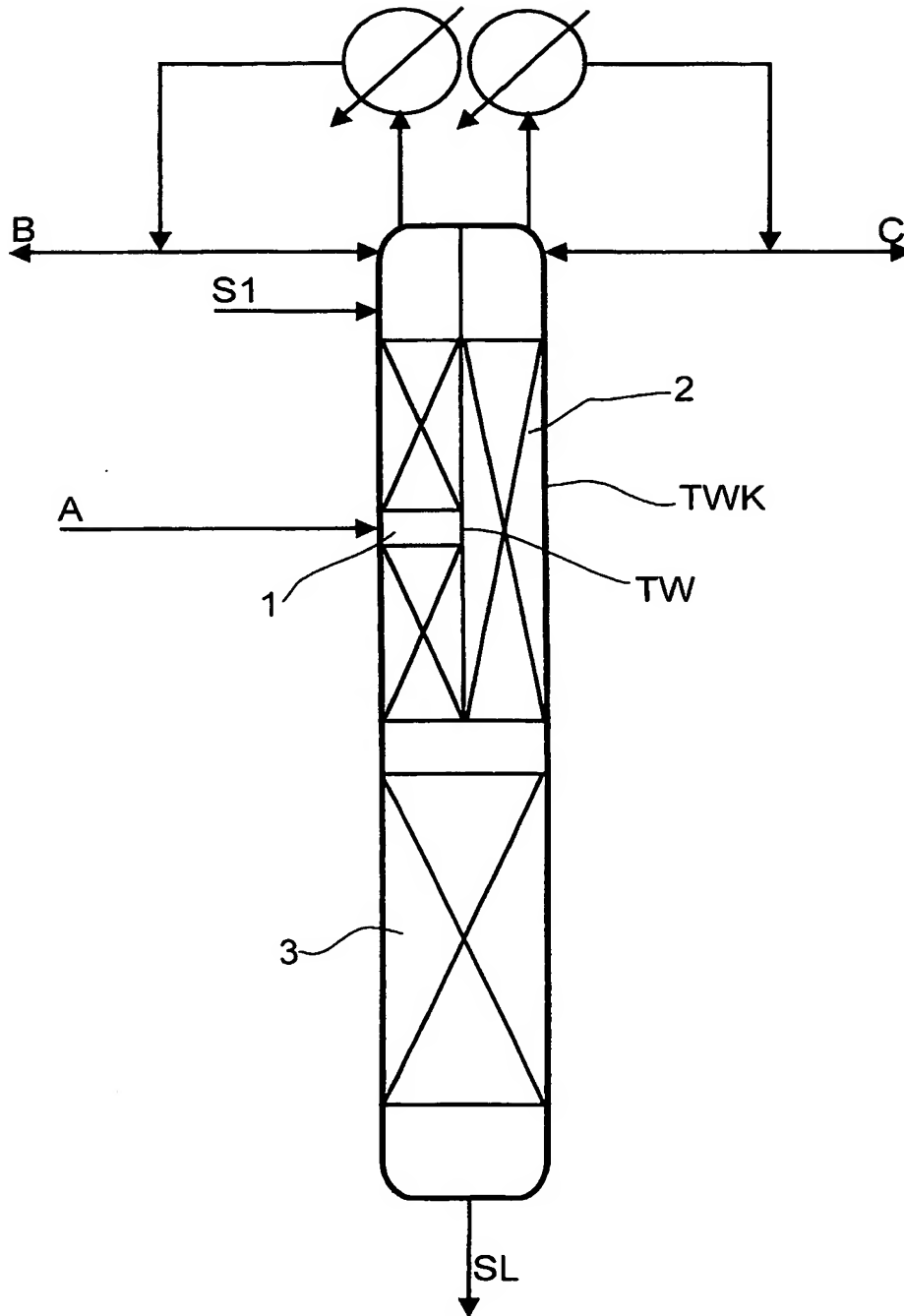


FIG.3

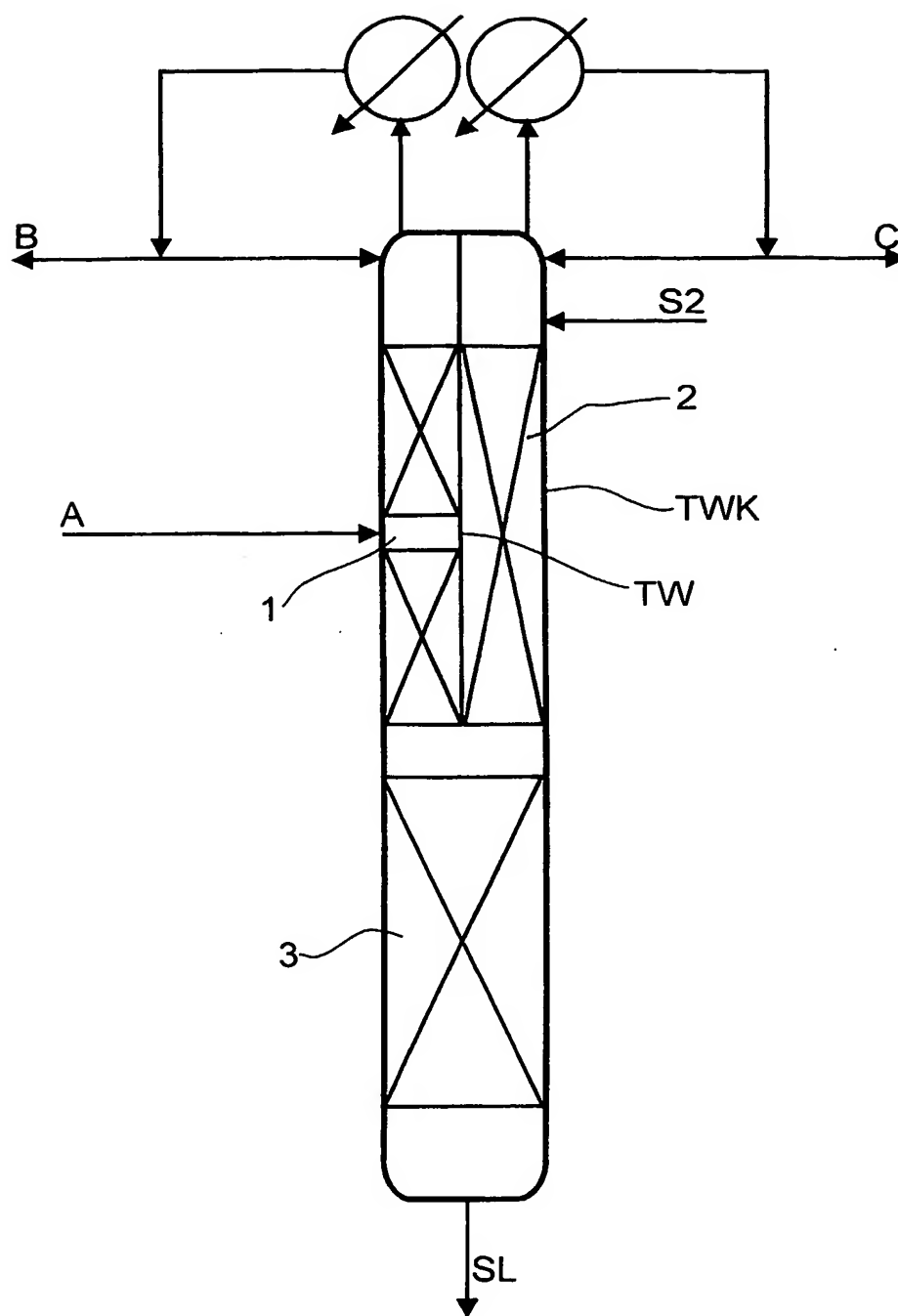


FIG.4

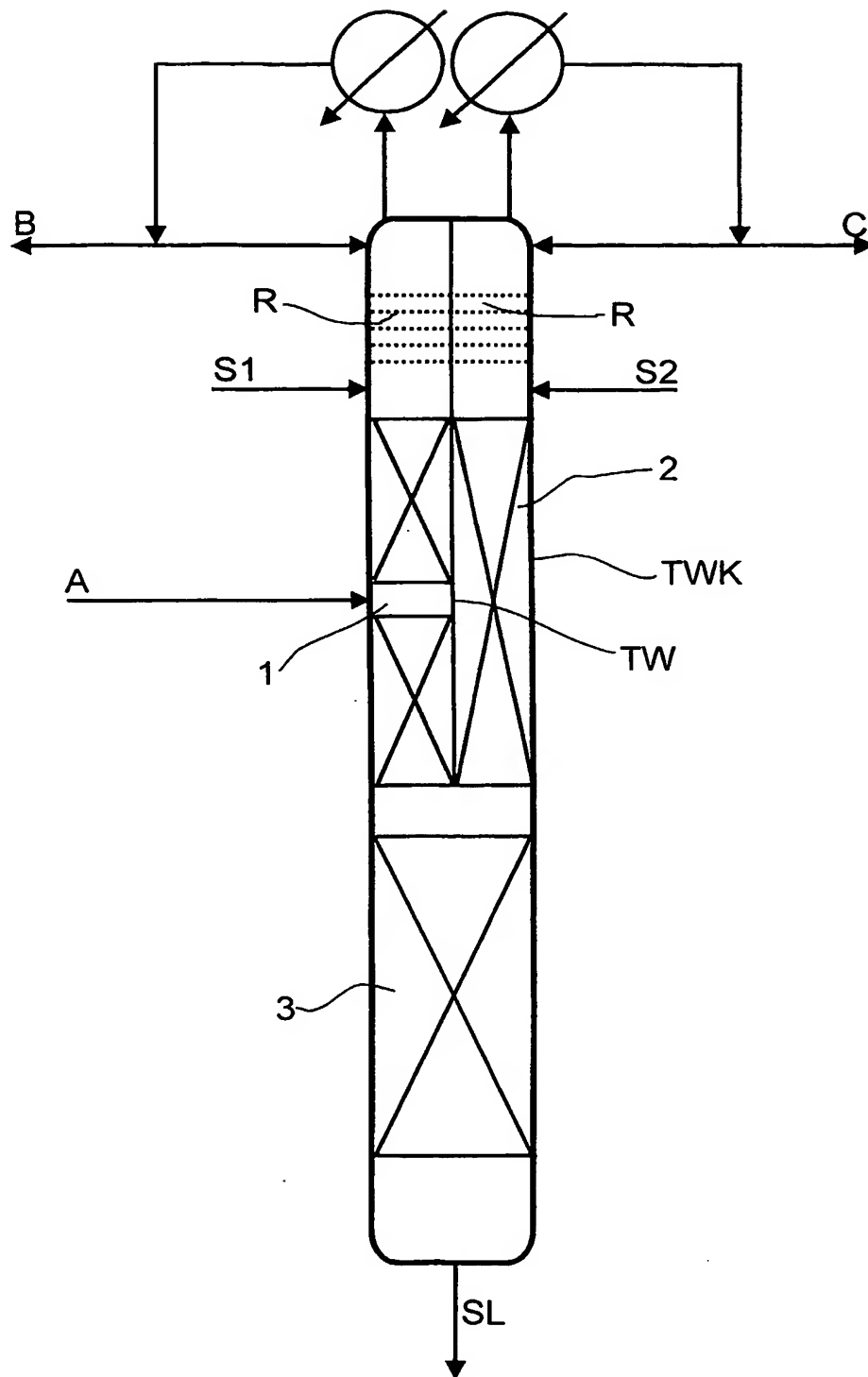


FIG. 5

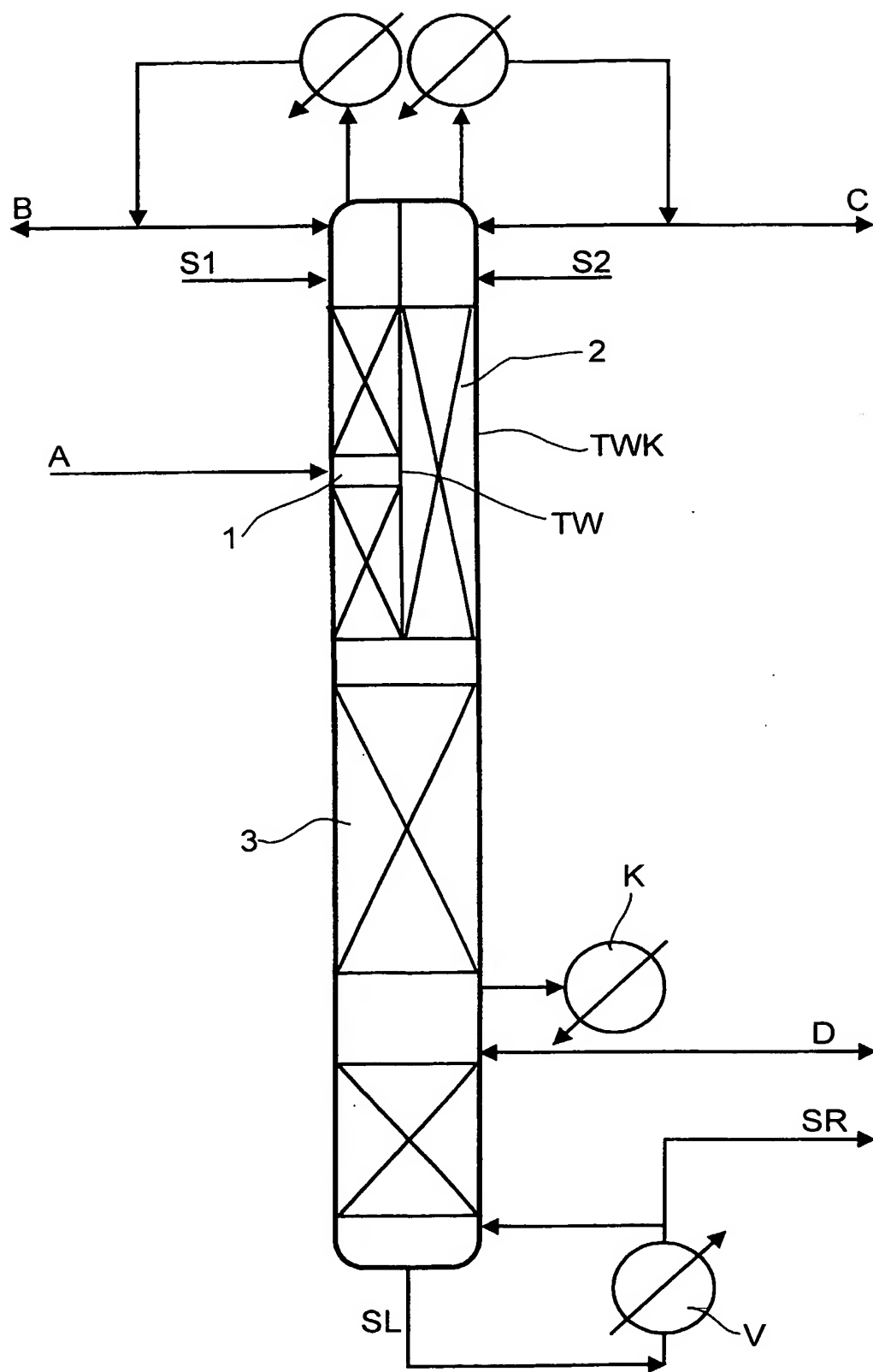


FIG.6

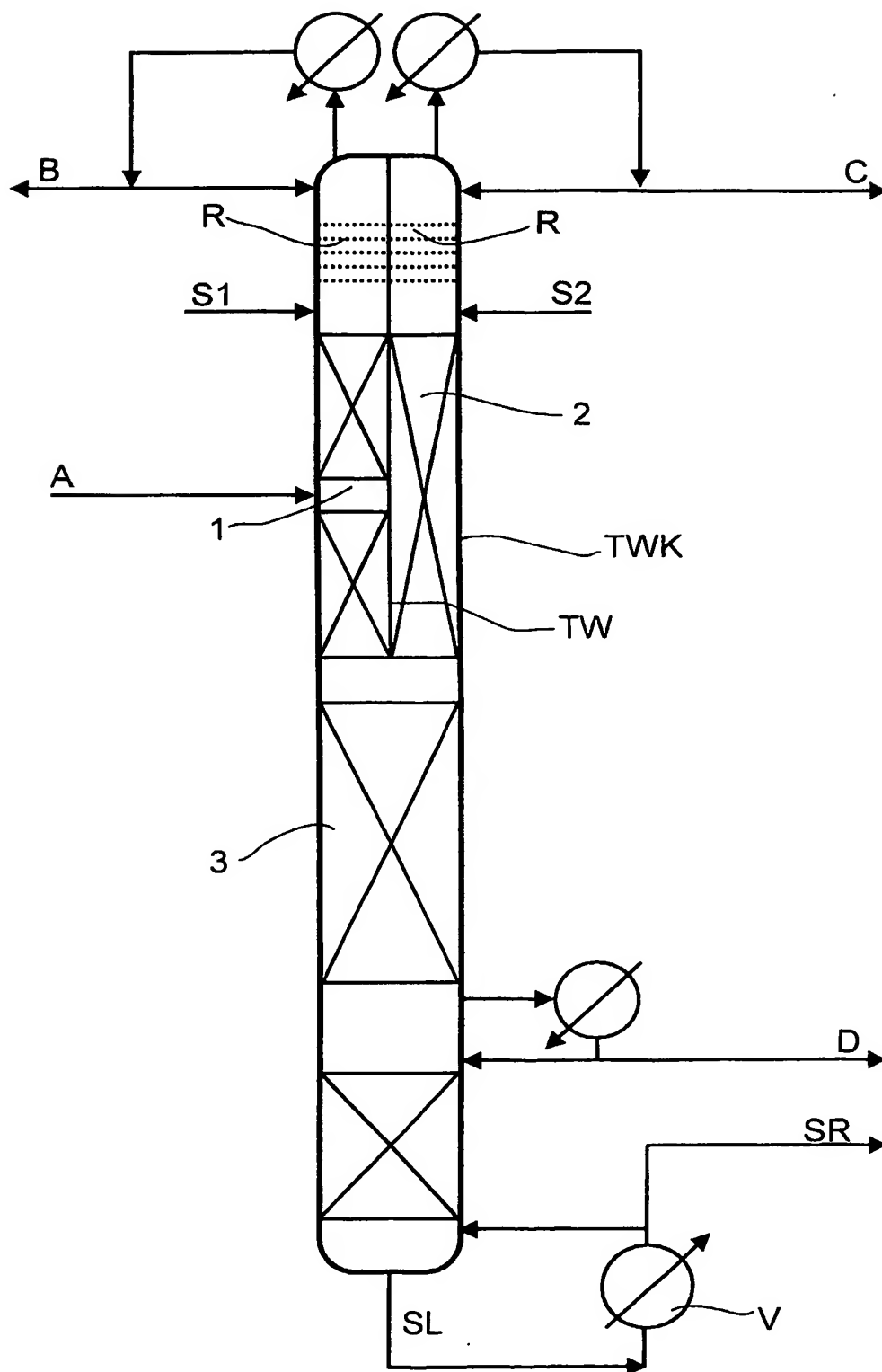
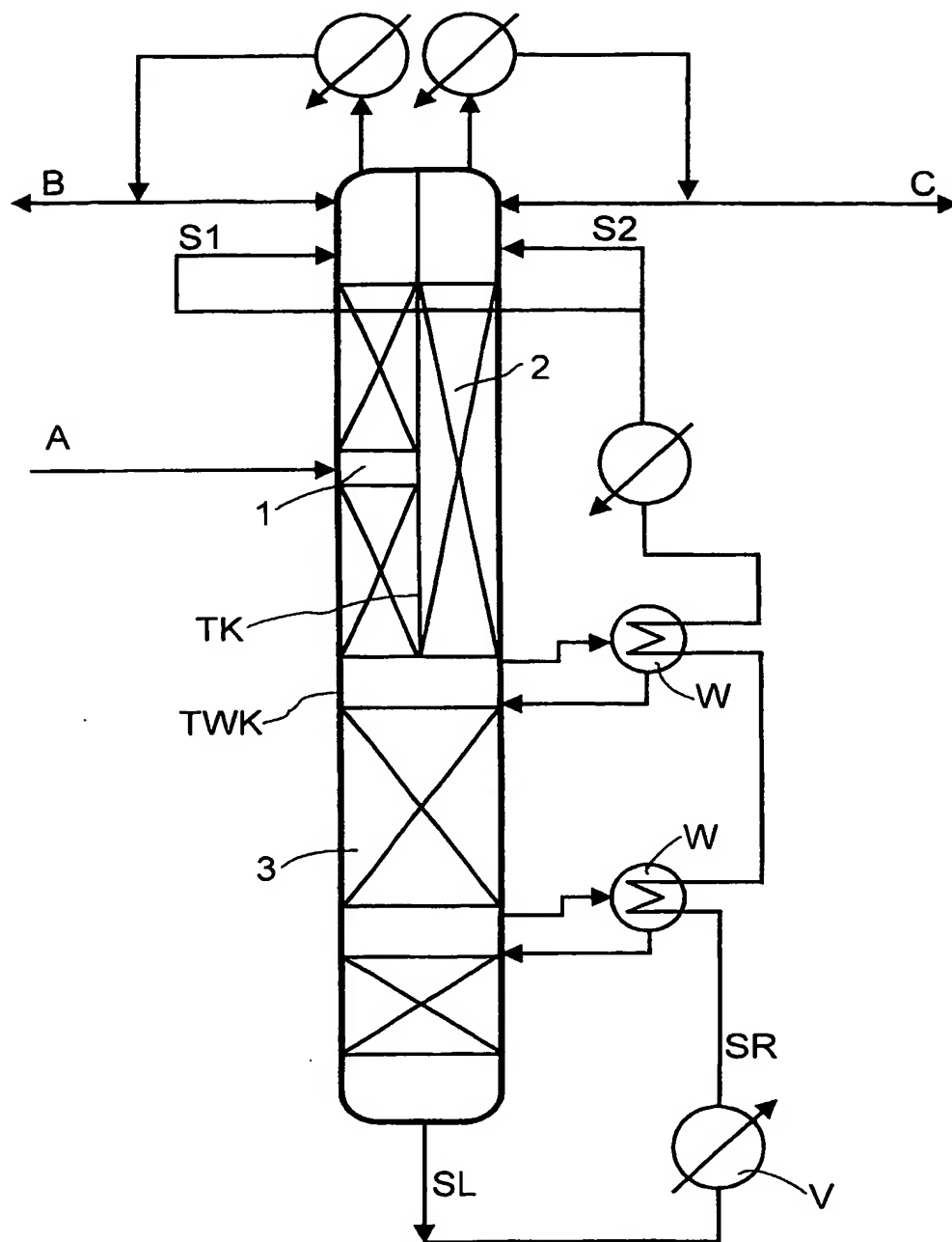


FIG.7



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/14074

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01D3/40 C07C5/03 C07C7/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01D C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| E | DE 102 33 620 A (BASF AG) 12 February 2004 (2004-02-12) page 6, paragraph 62 - page 7, paragraph 67; figures | 1, 4-10 |
| X | DE 101 05 660 A (BASF AG) 14 August 2002 (2002-08-14) page 3, paragraph 21 - paragraph 23 page 4, paragraph 31 - paragraph 34 page 5, paragraph 50 - page 6, paragraph 52; claim 1; figure 1 | 1, 4, 5, 7-10 |
| P, X | US 6 550 274 B1 (AGRAWAL RAKESH) 22 April 2003 (2003-04-22) | 1, 2, 5, 7, 8, 10 |
| P, A | column 18, line 62 - column 19, line 53; figure 12 | 6 |
| | ----- -/- | |

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

G document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

6 May 2004

Date of mailing of the international search report

13/05/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Belleghem, W

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/14074

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|---|-----------------------|
| X | DE 100 02 806 A (BASF AG) 26 July 2001 (2001-07-26) column 5, line 26 - line 68; figures 1,2a | 7 |
| A | column 12, line 30 - line 51; figure 2j column 14, line 10 - line 23; figure 4 ----- | 1,9 |
| X | EP 0 755 707 A (KELLOGG M W CO) 29 January 1997 (1997-01-29) | 7 |
| A | figure 3 ----- | 1 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International Application No
PCT/EP 03/14074

| Patent document cited in search report | | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|----|---------------------|----------------------------|---------------------|
| DE 10233620 | A | 12-02-2004 | DE 10233620 A1 | 12-02-2004 |
| | | | WO 2004011406 A1 | 05-02-2004 |
| DE 10105660 | A | 14-08-2002 | DE 10105660 A1 | 14-08-2002 |
| | | | BR 0206867 A | 20-01-2004 |
| | | | CA 2437396 A1 | 15-08-2002 |
| | | | CZ 20032156 A3 | 12-11-2003 |
| | | | WO 02062733 A1 | 15-08-2002 |
| | | | EP 1366005 A1 | 03-12-2003 |
| | | | HU 0302870 A2 | 28-11-2003 |
| | | | US 2004065538 A1 | 08-04-2004 |
| US 6550274 | B1 | 22-04-2003 | EP 1317947 A1 | 11-06-2003 |
| | | | JP 2003230801 A | 19-08-2003 |
| DE 10002806 | A | 26-07-2001 | DE 10002806 A1 | 26-07-2001 |
| | | | AU 2515801 A | 07-08-2001 |
| | | | WO 0154785 A2 | 02-08-2001 |
| | | | TW 496750 B | 01-08-2002 |
| EP 0755707 | A | 29-01-1997 | US 5755933 A | 26-05-1998 |
| | | | AU 700987 B2 | 14-01-1999 |
| | | | AU 5615896 A | 30-01-1997 |
| | | | EP 0755707 A1 | 29-01-1997 |
| | | | ES 2164807 T3 | 01-03-2002 |
| | | | JP 9117602 A | 06-05-1997 |
| | | | NO 963077 A | 27-01-1997 |
| | | | US 5709780 A | 20-01-1998 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/14074

A. KLASSTIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 B01D3/40 C07C5/03 C07C7/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 B01D C07C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| E | DE 102 33 620 A (BASF AG) 12. Februar 2004 (2004-02-12) Seite 6, Absatz 62 - Seite 7, Absatz 67; Abbildungen | 1,4-10 |
| X | DE 101 05 660 A (BASF AG) 14. August 2002 (2002-08-14) Seite 3, Absatz 21 - Absatz 23 Seite 4, Absatz 31 - Absatz 34 Seite 5, Absatz 50 - Seite 6, Absatz 52; Anspruch 1; Abbildung 1 | 1,4,5, 7-10 |
| P,X | US 6 550 274 B1 (AGRAWAL RAKESH) 22. April 2003 (2003-04-22) | 1,2,5,7, 8,10 |
| P,A | Spalte 18, Zeile 62 - Spalte 19, Zeile 53; Abbildung 12 | 6 |
| | ----- -/-- | |



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

6. Mai 2004

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

13/05/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5618 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Van Belleghem, W

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCI/EP 03/14074

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|---|--------------------|
| X | DE 100 02 806 A (BASF AG) 26. Juli 2001 (2001-07-26) Spalte 5, Zeile 26 - Zeile 68; Abbildungen 1,2a | 7 |
| A | Spalte 12, Zeile 30 - Zeile 51; Abbildung 2j Spalte 14, Zeile 10 - Zeile 23; Abbildung 4 | 1,9 |
| X | ----- EP 0 755 707 A (KELLOGG M W CO) 29. Januar 1997 (1997-01-29) | 7 |
| A | Abbildung 3 ----- | 1 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/14074

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|----|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| DE 10233620 | A | 12-02-2004 | DE 10233620 A1 | 12-02-2004 |
| | | | WO 2004011406 A1 | 05-02-2004 |
| DE 10105660 | A | 14-08-2002 | DE 10105660 A1 | 14-08-2002 |
| | | | BR 0206867 A | 20-01-2004 |
| | | | CA 2437396 A1 | 15-08-2002 |
| | | | CZ 20032156 A3 | 12-11-2003 |
| | | | WO 02062733 A1 | 15-08-2002 |
| | | | EP 1366005 A1 | 03-12-2003 |
| | | | HU 0302870 A2 | 28-11-2003 |
| | | | US 2004065538 A1 | 08-04-2004 |
| US 6550274 | B1 | 22-04-2003 | EP 1317947 A1 | 11-06-2003 |
| | | | JP 2003230801 A | 19-08-2003 |
| DE 10002806 | A | 26-07-2001 | DE 10002806 A1 | 26-07-2001 |
| | | | AU 2515801 A | 07-08-2001 |
| | | | WO 0154785 A2 | 02-08-2001 |
| | | | TW 496750 B | 01-08-2002 |
| EP 0755707 | A | 29-01-1997 | US 5755933 A | 26-05-1998 |
| | | | AU 700987 B2 | 14-01-1999 |
| | | | AU 5615896 A | 30-01-1997 |
| | | | EP 0755707 A1 | 29-01-1997 |
| | | | ES 2164807 T3 | 01-03-2002 |
| | | | JP 9117602 A | 06-05-1997 |
| | | | NO 963077 A | 27-01-1997 |
| | | | US 5709780 A | 20-01-1998 |